

Растровая электронная микроскопия для нанотехнологий

Методы и применение



ИЗДАТЕЛЬСТВО

БИНОМ

Растровая
электронная
микроскопия
для нанотехнологий

Scanning Microscopy for Nanotechnology

Techniques and Applications

edited by

Weilie Zhou
University of New Orleans
New Orleans, Louisiana

and

Zhong Lin Wang
Georgia Institute of Technology
Atlanta, Georgia

Растровая электронная микроскопия для нанотехнологий

Методы и применение

Под редакцией
Уэйли Жу и Жонг Лин Уанга

Перевод с английского
С. А. Иванова и К. И. Домкина

под редакцией
канд. техн. наук Т. П. Каминской



Москва
БИНОМ. Лаборатория знаний

УДК 621.3+681.54
ББК 30.3+22.3
P24

Растровая электронная микроскопия для нанотехнологий.
P24 Методы и применения / под ред. У. Жу, Ж. Л. Уанга ; пер.
с англ. — М. : БИНОМ. Лаборатория знаний, 2013. — 582 с. : ил.,
[16] с. цв. вкл.

ISBN 978-5-9963-1110-1

Монография посвящена рассмотрению методов растровой электронной микроскопии (РЭМ) применительно к нанотехнологиям и включает не только исследование характеристик различных наноматериалов, наноструктур и нанообъектов, но и технологию их изготовления *in situ*. В книге под редакцией известных ученых собраны статьи и обзоры видных специалистов в областях, относящихся к нанотехнологиям. Рассмотрены различные типы РЭМ, включая просвечивающие микроскопы с высоким разрешением, рентгеновский микроанализ, новейшие методы получения изображения посредством обратно рассеянных электронов, а также методы электронной криомикроскопии для исследования биообъектов. Использование РЭМ включает изучение наночастиц, нанопроволок, нанотрубок, трехмерных наноструктур, квантовых точек, магнитных наноматериалов, фотонных кристаллов и биологических наноструктур.

Книга предназначена не только для широкого круга практических специалистов в сфере нанотехнологий, но может быть использована также студентами вузов и разработчиками новых типов растровых электронных микроскопов.

УДК 621.3+681.54
ББК 30.3+22.3

Научное издание

**РАСТРОВАЯ ЭЛЕКТРОННАЯ МИКРОСКОПИЯ ДЛЯ НАНОТЕХНОЛОГИЙ.
МЕТОДЫ И ПРИМЕНЕНИЯ**

Ведущий редактор *И. Я. Ицхоки*. Художник *Н. А. Новак*
Технический редактор *Е. В. Денюкова*. Корректор *Е. Н. Клитина*
Компьютерная верстка: *О. В. Бочкова*

Подписано в печать 13.12.12. Формат 70×100/16.
Усл. печ. л. 47,45. Тираж 1000 экз. Заказ

Издательство «БИНОМ. Лаборатория знаний»
125167, Москва, проезд Аэропорта, д. 3
Телефон: (499) 157-5272, e-mail: binom@Lbz.ru, http://www.Lbz.ru

Translation from the English language edition:
Scanning Microscopy for Nanotechnology
edited by Weilie Zhou, Zhong Lin Wang

Copyright © 2006 Springer Science + Business Media, LLC
All Rights Reserved

© БИНОМ. Лаборатория знаний, 2013

ISBN 978-5-9963-1110-1

Оглавление

Предисловие	9
Словарь наиболее часто используемых аббревиатур	17
Глава 1. Основы растровой электронной микроскопии	19
1. Введение	19
1.1. Пространственное разрешение и уравнение Аббе	19
2. Устройство растровых электронных микроскопов	28
2.1. Электронные пушки	29
2.2. Электронные линзы	35
2.3. Параметры колонны	38
2.4. Формирование изображения	43
2.5. Вакуумная система	52
3. Подготовка образцов	55
3.1. Процедуры получения изображений биоорганических образцов в РЭМ высокого разрешения	55
3.2. Фиксация образцов и методы сушки	56
3.3. Дегидратация и высушивание на воздухе	57
3.4. Метод сублимационной криосушки	58
3.5. Сушка в критической точке	58
3.6. Нанесение металлических покрытий	59
3.7. Структурные исследования с помощью ВРРЭМ химически фиксированных массивных биологических тканей, высушенных в критической точке	60
Заключение	64
Литература	64
Глава 2. Метод дифракции отраженных электронов (ДОЭ) и примеры исследования материалов	66
1. Введение	66
1.1. История	66
1.2. Как работает метод ДОЭ?	72
2. Данные измерений	77
2.1. Столбец «Фаза»	78
2.2. Подгоночный модуль	78
2.3. Ориентация	79
2.4. Среднее угловое отклонение	79
2.5. Контраст полос	80
2.6. Крутизна профиля полосы	80

3. Анализ данных	81
3.1. Анализ размера зерен	81
3.2. Виды карт, получаемых методом ДОЭ	82
4. Примеры применения	89
4.1. Алюминиевый сплав, полученный сваркой трением	90
4.2. Деформированный интерметаллический сплав Fe–Al	92
4.3. Тонкие пленки платины	95
4.4. Медная тонкая пленка	98
4.5. Алюминиевая тонкая фольга	102
5. Текущие ограничения метода ДОЭ и перспективы его применения.	105
5.1. Пространственное разрешение	105
5.2. Угловое разрешение	106
5.3. Быстродействие	106
6. Выводы	106
Литература	106
Глава 3. Рентгеновский микроанализ в наноматериалах	107
1. Введение	107
1.1. Генерация рентгеновских сигналов	108
1.2. Детектирование сигнала рентгеновского излучения	111
1.3. Параметры энергодисперсионного спектрометра	113
1.4. Рентгеновские артефакты	118
2. Моделирование наноматериалов методом Монте-Карло	121
3. Примеры исследований	125
3.1. Компьютерный чип	125
3.2. Нанопроволока	130
3.3. Наночастицы	131
3. Выводы	135
Литература	136
Глава 4. Низковольтная растровая электронная микроскопия	137
1. Введение	137
2. Генерация электронов и ускоряющее напряжение	140
3. «Зачем применяют низковольтный режим?»	143
4. Применение низких ускоряющих напряжений	150
5. Выводы	157
Литература	158
Глава 5. Электронно-лучевая нанолитография в растровом электронном микроскопе	159
1. Введение	159
1.1. Основы электронно-лучевой литографии на базе растрового микроскопа	159
1.2. Описание электронно-литографической системы на базе РЭМ	162
1.3. Подключение системы литографии к РЭМ	165
2. Материалы и подготовка к обработке	170
2.1. Подложки	170
2.2. Резисты	171
2.3. Нанесение резиста центрифугированием	177
3. Генератор шаблонов	177
3.1. Методические указания по проектированию шаблона	178

3.2. Конфигурация системы	180
3.3. Настройка микроскопа	181
4. Обработка экспонированного шаблона	183
4.1. Проявление	183
4.2. Нанесение резиста и взрывная технология.	184
4.3. Травление	186
4.4. Контроль шаблона и общие ошибки.	187
5. Применение электронно-лучевой нанолитографии в нанотехнологии	190
5.1. Нанотранзисторы	191
5.2. Нанодатчики	193
5.3. Магнитные наноприборы	194
5.4. Биологические применения	196
6. Выводы	196
Литература.	197

Глава 6. Просвечивающая растровая электронная микроскопия для исследования наноструктур	200
1. Введение	200
2. Получение изображений в просвечивающем растровом электронном микроскопе.	203
2.1. Формирование электронного зонда.	206
2.2. Контраст изображения.	213
3. Получение спектральных изображений	226
4. Получение трехмерных изображений	230
5. Последние прикладные исследования в области наноструктур	234
5.1. Нанотрубки	234
5.2. Нанокатализ.	236
5.3. Стабилизация подложек лантаном.	237
5.4. Полупроводниковые нанокристаллы	238
5.5. Магнитные наночастицы.	240
5.6. Наностержни из ZnO	241
5.7. Наноразмерное разделение фаз в сложных оксидах	243
8. Перспективы развития ПРЭМ	244
Литература.	245

Глава 7. Введение в наноманипулирование in situ для конструирования наноматериалов	249
1. Введение	249
2. Электронно-лучевой нагар в РЭМ.	250
2.1. Предотвращение появления загрязнений.	254
2.2. Удаление загрязнений	255
3. Типы наноманипуляторов.	255
3.1. Лабораторные конструкции наноманипуляторов	257
4. Рабочие органы манипуляторов.	259
4.1. Зонды.	259
4.2. Зонды-кантилеверы	264
4.3. Микроэлектромеханические захваты	264
5. Применение наноманипуляторов	265
5.1. Нанопозиционирование	266
5.2. Механическое зондирование наноструктур	268

5.3. Электрические игольчатые зонды	270
5.5. Извлечение тонкого среза полупроводниковой структуры	281
5.6. Манипуляция <i>in situ</i> в просвечивающем электронном микроскопе	284
5. Выводы	284
Литература.	286
Глава 8. Применение фокусированного ионного пучка и двухлучевых систем <i>DualBeam</i> для изготовления наноструктур	288
1. Введение	288
2. Генераторы шаблонов, встроенные в приборы ФИП.	290
3. Травление с помощью ФИП либо ХГФО пленок по двумерным шаблонам с программируемой дозой.	294
4. Нанесение рисунка электронным лучом с помощью встроенных генераторов шаблонов	296
5. Автоматизация наноразмерного управления пучком	297
6. Непосредственное изготовление наноразмерных структур.	299
7. Выводы	300
Литература.	300
Глава 9. Нанопроволоки и углеродные нанотрубки	302
1. Введение	302
2. Нанопроволоки из полупроводниковых соединений III–V	302
3. Нанопроволоки из полупроводниковых соединений групп II–VI.	315
4. Одноэлементные нанопроволоки	324
5. Углеродные нанотрубки.	332
5.1. Многостенные углеродные нанотрубки	332
5.2. Одностенные углеродные нанотрубки.	336
5.3. Прецизионное отрезание углеродных нанотрубок	341
6. Выводы	342
Литература.	343
Глава 10. Фотонные кристаллы и устройства	346
1. Введение	346
1.1. Фотонные кристаллы: что это такое?	346
1.2. Физическое объяснение происхождения запрещенной зоны в фотонных кристаллах [5].	348
1.3. Обзор применений фотонных кристаллов	349
2. Растровая электронная микроскопия фотонных кристаллов	355
2.1. 2D фотонные кристаллы	355
2.2. Трехмерные фотонные кристаллы	360
3. Создание фотонных кристаллов с помощью РЭМ	365
3.1. Микроманипуляции в РЭМ	365
3.2. Фотонные кристаллы, полученные путем микроманипуляции	367
4. Заключение	370
Литература.	370
Глава 11. Наночастицы и коллоидные самосборки	373
1. Введение	373
2. Металлические наночастицы	374
3. Мезо- и нанопористые металлические наноструктуры	389

4. Нанокристаллические оксиды	397
4.1. Нанокристаллические оксиды для оптических применений	397
4.2. Нанокристаллические магнитные оксиды.	410
5. Наноструктурные полупроводники и термоэлектрические материалы	416
6. Заключение	423
Литература.	423
Глава 12. Наноблоки, изготовленные посредством темплатов	427
1. Введение	427
2. Материалы и методы	428
2.1. Производство пористых мембран.	428
2.2. Синтез 3D коллоидных кристаллов	430
2.3. Электрохимическое осаждение.	431
2.4. Наблюдения с РЭМ и ПЭМ	432
3. Наноблоки	432
3.1. Нанонити из пористых темплатов	432
3.2. Нанотрубки на основе темплатов, модифицированных клеевыми волокнами.	433
3.3. Нанопроволоки со структурированными концами из темплатов с модифицированными нанотрубками	435
3.4. Нити из коллоидных кристаллов и пористые волокна из прямых сборок	437
3.5. 1D, 2D, 3D инверсные коллоидные кристаллы из трехмерных коллоидных кристаллов	445
3.6. Получение 3D металлических сферических коллоидных кристаллов на основе инверсных коллоидных кристаллов	450
4. Выводы	452
Литература.	453
Глава 13. Одномерные полупроводниковые структуры с кристаллической решеткой типа вюрцита.	456
1. Введение	456
1. Синтез и изготовление одномерных наноструктур.	457
2.1. Метод газозофазного осаждения	457
2.2. Методы химического синтеза из растворов	461
2.3. Совместные методы синтеза, включающие технику литографии.	461
3. Одномерные наноструктуры на основе оксидов металлов	463
3.1. Оксидные нанопроволоки	463
3.2. Оксидные нанотрубки	465
3.3. Оксидные наноленты	472
3.4. Иерархическая наноструктура оксида.	485
4. Механизмы роста	495
4.1. Каталитические процессы роста «пар-жидкость-кристалл»	495
4.2. Самокаталитический механизм роста	501
5. Выводы	503
Литература.	503
Глава 14. Бионаноматериалы	508
1. Введение	508
2. Нановолокна	510
2.1. Нановолокна, полученные методом разделения фаз	510

2.2. Трехмерные нановолокнистые макропористые каркасы	521
2.3. Получение нановолокон посредством электропрядения	524
3. Наночастицы	526
3.1. Применение нанокомпозитных каркасов из полимера/гидроксиапатита в инженерии костных тканей	526
3.2. Наночастицы/наносферы для доставки биологически активных агентов	534
4. Модификация поверхности	538
4.1. Методы модификации поверхности, применяемые в инженерии тканей	538
4.2. Нанесение желатина на поверхность нановолокнистых <i>PLLA</i> каркасов	540
5. Заключение	546
Литература	546
Глава 15. Низкотемпературные стадии в наноструктурных исследованиях	549
1. Введение	549
2. Термины, используемые в крио-ВРРЭМ водных систем	550
3. Жидкая вода, лед и витрифицированная вода	552
4. История развития низкотемпературной РЭМ	554
5. Аппаратура и методы	556
5.1. Внутрелинзовый крио-ВРРЭМ	556
5.2. Окололинзовый крио-ВРРЭМ	559
5.3. Специальные приемы установки криообразца, используемые при низкотемпературной растровой микроскопии	560
Литература	572
Предметный указатель	574

Авторы

Robert Anderhalt
Ametek EDAX Inc.
91 McKee Drive,
Mahwah, NJ 07430

Роберт Андерхальт

Anzalone, Paul
FEI
5350 NE Dawson Creek Drive
Hillsboro, OR
97124-5793

Поль Анзалоне

P. Robert Apkarian
Integrated Microscopy and Microanalytical Facility
Department of Chemistry
Emory University
1521 Dickey Drive
Atlanta GA 30322

П. Роберт Апкариан

A. Borisevich
Oak Ridge National Laboratory
P. O. Box 2008
Oak Ridge, TN 37831

А. Борисевич

Daniela Caruntu
Advanced Materials Research Institute
University of New Orleans
New Orleans, LA 70148

Даниела Карунту

Gabriel Caruntu
Advanced Materials Research Institute
University of New Orleans
New Orleans, LA 70148

Габриэль Карунту

M. F. Chisholm
Oak Ridge National Laboratory
P. O. Box 2008
Oak Ridge, TN 37831

М. Ф. Чишолм

Lesley Anglin Compbell
Advanced Materials Research Institute
University of New Orleans
New Orleans, LA 70148

Лэсли Энглин Кэмпбэлл

M. David Frey

Carl Zeiss SMT Inc.
1 Zeiss Drive
Thornwood, NY 10594

М. Дэвид Фрей

Pu Xian Ga

School of Materials Science and Engineering,
Georgia Institute of Technology
Atlanta, GA 30332-0245

Пу Ксиан Га

A. Lucille Giannuzzi

FEI
5350 NE Dawson Creek Drive
Hillsboro, OR
97124-5793

А. Люсиль Джаннуцци

Rishi Gupta

Zyvex
1321 North Piano Road
Richardson, Texas 75081

Риши Гупта

David Joy

University of Tennessee
Knoxville, TN 37996

Дэвид Джой

Jianye Li

Department of Chemistry
Duke University
Durham, NC 27708-0354

Джяни Ли

Feng Li

Advanced Materials Research Institute
University of New Orleans
New Orleans, LA 70148

Фенг Ли

Jie Liu

Department of Chemistry
Duke University
Durham, NC 27708-0354

Джи Лиу

Xiaohua Liu

Department of Biologic and Materials Sciences
Division of Prosthodontics
University of Michigan
1011 N. University
Ann Arbor, MI 48109-1078

Ксиаохуа Лиу

A. R. Lupini

Oak Ridge National Laboratory
P. O. Box 2008
Oak Ridge, TN 37831

А. Р. Лупини

Peter X. Ma

Department of Biologic
and Materials Sciences
Division of Prosthodontics
University of Michigan
1011 N. University
Ann Arbor, MI 48109-1078

Питер Экс. Ма**Tim Maitland**

HKL Technology Inc
52A Federal Road, Unit 2D
Danbury, CT 06810

Тим Мейтланд**Joe Nabity**

JC Nabity Lithography Systems
Bozeman, MT 59717

Джоу Нэйбити**Charles J. O'Connor**

Advanced Materials Research Institute
University of New Orleans
New Orleans, LA 70148

Чарльз Дж. О'Коннор**M. P. Oxley**

Oak Ridge National Laboratory
P. O. Box 2008
Oak Ridge, TN 37831

М. П. Оксли**Y. Peng**

Oak Ridge National Laboratory
P. O. Box 2008
Oak Ridge, TN 37831

Ю. Пэнг**Steve Pennycook**

Oak Ridge National Laboratory
P. O. Box 2008
Oak Ridge, TN 37831

Стив Пенникук**Richard E. Stallcup II**

Zyvex
1321 North Piano Road
Richardson, Texas 75081

Ричард Сталлкап II**Scott Sitzman**

HKL Technology Inc
52A Federal Road, Unit 2D
Danbury, CT 06810

Скотт Ситцман**K. Van Benthem**

Oak Ridge National Laboratory
P. O. Box 2008
Oak Ridge, TN 37831

К. Ван Бентэм

Brandon Van Leer

FEI
5350 NE Dawson Creek Drive
Hillsboro, OR
97124-5793

Брэнден Ван Леер

M. Varela

Oak Ridge National Laboratory
P. O. Box 2008
Oak Ridge, TN 37831

М. Варела

Peng Wang

Department of Biologic and Materials Sciences
Division of Prosthodontics
University of Michigan
1011 N. University
Ann Arbor, MI 48109-1078

Пенг Уанг

Xudong Wang

Center for Nanoscience and Nanotechnology (CNN)
Georgia Institute of Technology
Materials Science and Engineering Department
771 Ferst Drive, N. W.
Atlanta, GA 30332-0245

Ксудонг Уанг

Zhong Lin Wang

Center for Nanoscience and Nanotechnology
Georgia Institute of Technology
Materials Science and Engineering
771 Ferst Drive, N. W.
Atlanta, GA 30332-0245

Жонг Лин Уанг

Guobao Wei

Department of Biologic and Materials Sciences
Division of Prosthodontics
University of Michigan
1011 N. University
Ann Arbor, MI 48109-1078

Гуобао Уэй

John B. Wiley

Department of Chemistry
and Advanced Materials Research Institute
University of New Orleans
New Orleans, LA 70148

Джон Б. Уайли

Weilie Zhou

Advanced Materials Research Institute
University of New Orleans
New Orleans, LA 70148

Уэйли Жу

Mo Zhu

Advanced Materials Research Institute
University of New Orleans
New Orleans, LA 70148

Мо Жу

Предисловие

Успехи в нанотехнологии за последние десять лет сделали растровую (сканирующую) электронную микроскопию (РЭМ, или *SEM — scanning electron microscopy*) незаменимым и мощным инструментом для анализа и конструирования наноматериалов. Разработка наноматериалов требует использования современных методов и опыта получения высококачественных изображений, понимания специфики наноструктур и улучшения методов их синтеза. Ряд усовершенствований в устройствах РЭМ, таких как применение электронных пушек с автоэлектронной (полевой) эмиссией, детекторов отраженных электронов (ДОЭ, или *EBSD — electron back scatter detection*) и рентгеноспектрального картирования элементного состава, привели к повышению качества анализа наноматериалов. Кроме простого исследования материалов РЭМ может быть интегрирован в современные технологии конструирования и производства наноматериалов *in situ*. Некоторые примеры такой интегральной технологии включают применение наноманипуляторов, методов электронно-лучевой литографии и фокусированного ионного пучка (ФИП, или *FIB — focused ion beam*). Хотя эти методы еще находятся в стадии разработки, они широко применяются во всех аспектах исследований наноматериалов. Монография «Растровая электронная микроскопия для нанотехнологии» включает ряд последних достижений в методах РЭМ и демонстрирует их возможные применения.

В первой части книги изложены основы теории, используемой в РЭМ, недавно разработанные методы ДОЭ, рентгеноспектрального микроанализа, низковольтной электронной микроскопии, микроскопии с условиями естественной среды для наблюдения биоматериалов, электронно-лучевой нанолитографии, изготовления наноструктур с помощью ФИП и просвечивающей растровой электронной микроскопии (ПРЭМ, или *STEM — scanning transmission electron microscopy*). Эти главы содержат практические примеры использования подобных методов для исследования и получения наноматериалов и наноструктур.

Во второй части приводится обсуждение применения методов анализа на основе РЭМ, включая исследование нанопроволок и углеродных нанотрубок, фотонных кристаллов (ФК, или *PC — photonic crystals*) и приборов на

их основе, наночастиц и процессов самосборки коллоидных частиц, получения наноблоков с помощью темплатов, одномерных полупроводниковых наноструктур со структурой вюрцита, биостимулированных материалов, применения наноманипуляторов *in situ*, а также растровой электронной криомикроскопии для исследования наноструктур. Эти методы широко используются при изготовлении и конструировании новых наноматериалов и наноструктур.

Уникальная особенность настоящей книги заключается в том, что она написана экспертами из ведущих исследовательских групп, специализирующихся в области разработки наноматериалов с применением методов РЭМ. Дополнительный вклад в исследования, конструирование и манипулирование наноматериалами в РЭМ *in situ* сделан специалистами-практиками из нескольких известных фирм — изготовителей оборудования. Книга «Растровая электронная микроскопия для нанотехнологии» будет полезным практическим руководством для исследователей наноматериалов, а также ценным справочным изданием для студентов и специалистов по растровой (сканирующей) электронной микроскопии.

Уэйли Жу
Жонг Лин Уанг

Словарь наиболее часто используемых аббревиатур

(по очередности появления в книге)

SEM (scanning electron microscope/microscopy) — РЭМ (растровый электронный микроскоп/микроскопия)

EBSD (electron back scatter detection/detector) — детектирование/детектор ДОО (дифракции отраженных электронов)

FIB (focused ion beam) — ФИП (фокусированный ионный пучок)

TEM (transmission electron microscope) — ПЭМ (просвечивающий электронный микроскоп)

STEM (scanning transmission electron microscope) — ПРЭМ (просвечивающий растровый электронный микроскоп)

FESEM (field emission SEM) — ПЭРЭМ (РЭМ с полевой эмиссией, или РЭМ с автоэлектронной эмиссией)

PC (photonic crystals) — ФК (фотонные кристаллы)

NA (numerical aperture) — ЧА (численная апертура)

CRT (cathode ray tube) — ЭЛТ (электронно-лучевая трубка)

BSE (back scattered electrons) — ОРЭ (обратно рассеянные электроны), или ОЭ (отраженные электроны)

SE (secondary electrons) — ВЭ (вторичные электроны)

ET-detector (Everhart – Thornley detector) — ЭТ-детектор (детектор Эверхарта–Торнли)

PMT (photomultiplier tube) — ФЭУ (фотоэлектромножитель)

FEG (field emission gun) — ПЭП (полевые электронные пушки — электронные пушки с полевой, или автоэлектронной, эмиссией)

CFE (cold field emission) — ХПЭП (холодные ПЭП — электронные пушки с холодной полевой эмиссией)

TFE (thermal field emission) — ТПЭ (термо-полевая эмиссия)

WD (working distance) — рабочее расстояние

DF (depth of field) — глубина поля, или глубина фокуса

TTL-detector (through the lens-detector) — черезлинзовый детектор

HRSEM (high resolution SEM) — ВРРЭМ (РЭМ с высоким разрешением)

Cryo-HRSEM (cryo high resolution SEM) — крио-ВРРЭМ (крио-РЭМ с высоким разрешением)

FD (freeze drying) — СКС-метод (метод сублимационной криосушки)

CPT (critical point drying) — СКТ (сушка в критической точке)

BCC cubic cell — ОЦК (объемно центрированная кубическая) решетка

ECP (electron-channeling pattern) — ККЭ (картины каналирования электронов)

EBSP (electron backscattered pattern) — картина ДОО (дифракционная картина обратно-рассеянных электронов)

OM (orientation map) — ОК (ориентационная карта)

OIM (orientation imaging microscopy) — МОК (микроскопия ориентационного картирования)

EDX — ЭДС (энергодисперсионная рентгеновская спектроскопия/спектр)

BC (band contrast) — КП (контраст полос)

BS (band slope) — ККП (крутизна краев полос)

IPF (inverse pole figures) — ОПФ (обратные полюсные фигуры)

TC (texture component map) — ККТ (карта компонентов текстуры)

GB/SB (grain boundaries/special boundaries) — МГ/СГ (межзеренные границы/специальные границы)

TMAZ (thermo-mechanically affected zone) — ЗТМВ (зона термо-механического воздействия)

- ODF (orientation distribution function)* — ФРО (функция распределения ориентаций)
- STM (scanning tunnel microscope/microscopy)* — СТМ (сканирующий туннельный микроскоп/микроскопия)
- AFM (atomic force microscope/microscopy)* — АСМ (атомно-силовой микроскоп/микроскопия)
- NEMS (nanoelectromechanical systems)* — НЭМС (нанозлектромеханическая система)
- MRAM (magnetic random excess memories)* — магнитное запоминающее устройство
- SQUID (superconductor quantum interference device)* — СКВИД (сверхпроводящее квантовое интерференционное устройство)
- BF (bright field detector)* — СПД (светлопольный детектор)
- EELS (electron energy loss spectroscopy)* — СХПЭ (спектроскопия характеристических потерь энергии электронами)
- ADF (angular dark field) detector* — угловой темнопольный детектор
- HAADF image (high-angle ADF image)* — высокоугловое темнопольное изображение
- OTF (optical transfer function)* — ОФП (оптическая функция передачи)
- CTF (contrast transfer function)* — ФПК (функция передачи контраста)
- CVD (chemical vapor deposition)* — ХГФО (химическое газофазное осаждение)
- IC (integrated circuit)* — ИМС (интегральная микросхема)
- MWNT (multi-walled carbon nanotubes)* — МСНТ (многостенные углеродные нанотрубки)
- SWNT (single-walled carbon nanotubes)* — ОСУНТ (одностенные углеродные нанотрубки)
- HC (hydrocarbons)* — УВ (углеводороды)
- EBID (electron-beam induced deposition)* — ЭСО (электронно-стимулированное осаждение)
- CMP (chemical mechanical polishing)* — ХМП (химико-механическая полировка)
- XRD (x-ray powder diffraction)* — РД (порошковая рентгеновская дифракция/дифрактометр)
- BET (adsorption-desorption) isotherms* — адсорбционно-десорбционные изотермы
- XPS (x-ray photo-electronic spectroscopy)* — РФЭС (рентгеновская фотоэлектронная спектроскопия)
- CNT (carbon nanotubes)* — УНТ (углеродные нанотрубки)
- SAED (selected area electron diffraction)* — дифракции электронов из выбранной области
- APAT (anodic porous alumina template)* — АПАТ (анодный пористый оксид-алюминиевый темплат)
- AAM (anodic porous membranes)* — АПМ (анодные пористые мембраны)
- PPM/PSM (porous polycarbonate/silicon membranes)* — пористые поликарбонатные/кремниевые мембраны
- ECE (electrochemical etching)* — электрохимическое травление
- HRTEM (high resolution TEM)* — ВРПЭМ (высокого разрешения ПЭМ)
- SiNW (silicon nanowires)* — КНП (кремниевые нанопроволоки)
- SPM (scanning probe microscope)* — СЗМ (сканирующий зондовый микроскоп)
- DFB (distributed feedback)* — РОС (распределенная обратная связь)
- DBR (distributed Bragg reflection)* — РБО (распределенное брэгговское отражение)
- PBG (photonic bandgap)* — ФЗЗ (фотонная запрещенная зона)
- ESED (electrochemical step edge decoration)* — электрохимическое декорирование ступеней
- PSD (polar surface dominated)* — ДПП (доминирующая полярная поверхность)
- CBED (convergent beam electron diffraction)* — дифракция в сходящемся электронном пучке
- ESEM (environmental SEM)* — РЭМ в окружающей среде
- DSC (differential scanning calorimeter)* — дифференциальный сканирующий калориметр
- ECM (extracellular matrix)* — ВМ (внеклеточные матрицы)
- TIPS (thermally induced phase separation)* — метод термического разделения фаз
- FTIR (Fourier transform infrared spectroscopy)* — ИК Фурье-спектроскопия

Глава 1

Основы растровой электронной микроскопии

У. Жу, Р. П. Анкарьян, Ж. Л. Уанг и Д. Джой

1. Введение

Растровый электронный микроскоп (РЭМ, или *SEM* — *scanning electron microscope*) является одним из наиболее универсальных приборов, применяющихся для исследования и анализа морфологии микроструктур и изучения химического состава материалов. Для понимания основ электронной микроскопии необходимо знать главные принципы световой оптики. Невооруженным глазом человек может различать объекты с угловыми размерами до $1/60$ градуса, что соответствует разрешающей способности около $0,1$ мм (на оптимальном расстоянии для наблюдения, составляющем 25 см). Предел разрешения оптического микроскопа, благодаря повышению угловой апертуры с помощью оптических линз, составляет около 2000 \AA . Световая микроскопия играла и продолжает играть важнейшую роль в научных исследованиях. С тех пор, как в экспериментах, проведенных в 90-х годах XIX века, [1], было обнаружено, что электроны отклоняются в магнитных полях, были разработаны принципы электронной микроскопии, в которых источник света был заменен пучком электронов высокой энергии. В настоящей главе будут изложены теоретические основы растровой электронной микроскопии, включая вопросы, связанные с разрешающей способностью, взаимодействием электронного пучка с образцом и генерацией сигналов.

1.1. Пространственное разрешение и уравнение Аббе

Предел разрешения определяется как минимальное расстояние, на котором две структуры можно разделить и еще наблюдать в виде двух отдельных объектов. Эрнст Аббе [1] доказал, что предел разрешения зависит от длины волны источника света. На некоторой длине волны, для которой предел разрешения превышен, увеличенное изображение расплывается и становится нерезким.

Вследствие дифракции точечный источник света не может быть сфокусирован в виде идеальной точки. Вместо этого его дифракционное изображение будет представлять собой светлое пятно большего диаметра (диск Эйри), окруженное темными и светлыми кольцами, другими словами, концентрическими окружностями убывающей интенсивности. Такое дифрак-

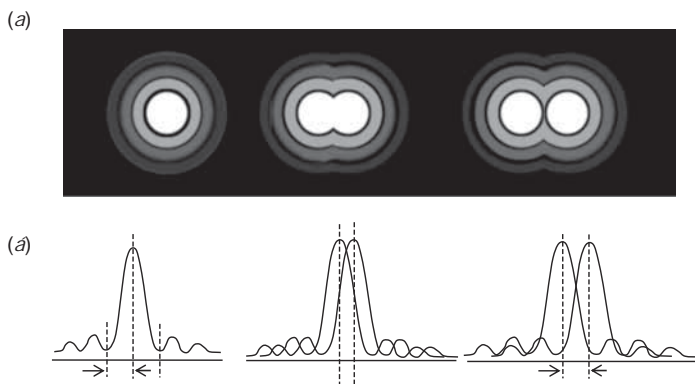


Рис. 1.1. Иллюстрация пространственного разрешения для дифракционного изображения: диск Эйри (а); распределение интенсивности волнового фронта (б)

ционное изображение представлено на рис. 1.1, а. В центральном пятне (диске Эйри) сосредоточено примерно 84 % световой энергии, а интенсивности второго, третьего и последующих колец быстро спадают с повышением их порядкового номера. Обычно радиус диска Эйри определяют как расстояние между центральным пиком (пиком первого порядка) и минимумом первого порядка, как показано на рис. 1.1, б, слева. Когда для двух разных объектов центры двух центральных пиков разделены интервалом, равным радиусу диска Эйри, эти два объекта еще можно отличить один от другого, как показано на рис. 1.1, б, справа.

Пространственное разрешение в идеальной оптической системе может быть описано математически уравнением Аббе

$$d = 0,612 \lambda / (n \sin \alpha),$$

где d — предел разрешения, λ — длина волны излучения, используемого для получения изображения, n — относительный показатель преломления среды между точечным источником и линзой, α — половина угла конуса света, выходящего из плоскости образца и принимаемого объективом (полуугловая апертура в радианах), $n \sin \alpha$ — величина, которую часто называют числовой апертурой (ЧА, или *numerical aperture*).

Первый электронный микроскоп, в котором электронный луч фокусировался электромагнитной конденсорной линзой в плоскость образца, был сконструирован в 1930-х гг. [2] путем замены в световом микроскопе источника света и конденсора электронной пушкой и электромагнитными катушками, соответственно. В РЭМ используется сфокусированный электронный пучок, периодически сканирующий поверхность образца и создающий большой набор сигналов, что будет обсуждаться позднее. Эти электронные сигналы, в конечном счете, преобразуются в визуальный сигнал, отображаемый на экране электронно-лучевой трубки (ЭЛТ).

1.1.1. Взаимодействие электронов с образцом

Формирование изображения в РЭМ зависит от типа собираемых сигналов, образующихся в результате взаимодействий электронного пучка с образцом. Эти взаимодействия можно разделить на две основных категории: упругие и неупругие взаимодействия.

Упругие рассеяния происходят в результате отражения падающих электронов за счет их взаимодействия с атомными ядрами или электронами внешних оболочек, обладающими близкой по величине энергией. Этот вид взаимодействия характеризуется пренебрежимо малыми энергетическими потерями в процессе столкновения и широким интервалом отклонения от первоначального направления движения для рассеянных электронов. Первичные электроны, которые упруго рассеялись на угол больший, чем 90° , называются обратно рассеянными, или отраженными электронами (ОРЭ, ОЭ, или *BSE — back scattered electrons*) и дают полезный сигнал для получения изображения образца. Неупругое рассеяние протекает путем многократных взаимодействий первичных электронов с электронами и атомами образца и приводит к передаче энергии от первичного электронного пучка к атому образца. Величина потерь энергии зависит от того, какое возникает возбуждение электронов образца — одиночное либо коллективное, а также от энергии связи электрона с атомом образца. В результате этого возбуждение электронов образца в процессе ионизации его атомов приводит к генерации



Рис. 1.2. Иллюстрация различных сигналов, генерируемых в процессе взаимодействий электронного пучка с образцом в РЭМ, и областей, из которых эти сигналы могут детектироваться

[. . .]

Монография посвящена рассмотрению методов растровой электронной микроскопии (РЭМ) применительно к нанотехнологиям и охватывает не только исследования характеристик различных наноматериалов, наноструктур и нанообъектов, но и технологию их изготовления *in situ*. В книге под редакцией известных ученых собраны оригинальные статьи и обзоры видных специалистов в разных областях, относящихся к нанотехнологиям. Рассмотрены различные методы РЭМ, включающие просвечивающую микроскопию с высоким разрешением, рентгеновский микроанализ, новейшие методы получения изображения посредством обратно рассеянных электронов, а также методы электронной криомикроскопии для исследования структуры и свойств биообъектов. Применения РЭМ включают изучение наночастиц, нанопроволок, нанотрубок, трехмерных наноструктур, квантовых точек, магнитных наноматериалов, фотонных кристаллов и биологических наноструктур, электронно-лучевую нанолитографию, а также конструирование наноматериалов с применением фокусированного ионного пучка и наноманипуляции.

Книга предназначена не только для широкого круга практических специалистов в сфере нанотехнологий, но может быть использована также студентами вузов и разработчиками новых типов растровых электронных микроскопов.